

# TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

## NOTIFICATION D'ELECTION (règle 61.2 du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

Commissioner  
US Department of Commerce  
United States Patent and Trademark  
Office, PCT  
2011 South Clark Place Room  
CP2/5C24  
Arlington, VA 22202  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

en sa qualité d'office élu

|   |  |
|---|--|
| Date d'expédition (jour/mois/année)<br>15 août 2001 (15.08.01)                | Référence du dossier du déposant ou du mandataire<br>BRG-PCT-104   |
| Demande internationale no<br>PCT/FR00/02471                                   | Date de priorité (jour/mois/année)<br>07 septembre 1999 (07.09.99) |
| Date du dépôt international (jour/mois/année)<br>07 septembre 2000 (07.09.00) |  |
| Déposant<br>MORIN, Dominique etc  |  |

1. L'office désigné est avisé de son élection qui a été faite:

dans la demande d'examen préliminaire international présentée à l'administration chargée de l'examen préliminaire international le:

03 avril 2001 (03.04.01)

dans une déclaration visant une élection ultérieure déposée auprès du Bureau international le:

\_\_\_\_\_

2. L'élection  a été faite

n'a pas été faite

avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité ou, lorsque la règle 32 s'applique, dans le délai visé à la règle 32.2b).

|  |  |
|--|--|
| Bureau international de l'OMPI<br>34, chemin des Colombettes<br>1211 Genève 20, Suisse<br>no de télécopieur: (41-22) 740.14.35 | Fonctionnaire autorisé<br>Antonia Muller<br>no de téléphone: (41-22) 338.83.38 |
|--|--|

Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

10/070,173

|   |  |  |
|---|--|--|
| Applicant's or agent's file reference<br>BRG-PCT-104                                      | FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416) |  |
| International application No.<br>PCT/FR00/02471   | International filing date (day/month/year)<br>07 September 2000 (07.09.00)   | Priority date (day/month/year)<br>07 September 1999 (07.09.99) |
| International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC<br>C22B 3/18 |  |  |
| Applicant<br>B.R.G.M. - BUREAU DE RECHERCHES GEOLOGIQUES ET MINIERES                      |  |  |

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.

2. This REPORT consists of a total of 6 sheets, including this cover sheet.

This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of 1 sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I  Basis of the report
- II  Priority
- III  Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV  Lack of unity of invention
- V  Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI  Certain documents cited
- VII  Certain defects in the international application
- VIII  Certain observations on the international application

|  |  |
|--|--|
| Date of submission of the demand<br>03 April 2001 (03.04.01) | Date of completion of this report<br>04 December 2001 (04.12.2001) |
| Name and mailing address of the IPEA/EP                      | Authorized officer   |
| Facsimile No.  | Telephone No.  |

## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/FR00/02471

## I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of (Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.):

the international application as originally filed.

the description, pages 1-14, as originally filed,  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_,  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.

the claims, Nos. 4-12, as originally filed,  
Nos. \_\_\_\_\_, as amended under Article 19,  
Nos. \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
Nos. 1-3, filed with the letter of 22 November 2001 (22.11.2001),  
Nos. \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.

the drawings, sheets/fig 1/1, as originally filed,  
sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_,  
sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

the description, pages \_\_\_\_\_

the claims, Nos. \_\_\_\_\_

the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

3.  This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

## 1. Statement

|                               |        |       |     |
|-------------------------------|--------|-------|-----|
| Novelty (N)                   | Claims | 1-12  | YES |
|                               | Claims |       | NO  |
| Inventive step (IS)           | Claims | 10-12 | YES |
|                               | Claims | 1-9   | NO  |
| Industrial applicability (IA) | Claims | 1-12  | YES |
|                               | Claims |       | NO  |

## 2. Citations and explanations

## 1. The following documents are referred to:

D1: US-A-5 919 674 (TUNLEY TREVOR H.) 6 July 1999

D2: E. GOMEZ ET AL.: "Leaching capacity of a new extremely thermophilic microorganism, *Sulfolobus rivotincti*", HYDROMETALLURGY, Vol. 52, N° 3, June 1999 (1999-06), pages 350-366, XP002137762, Amsterdam, NL

D3: US-A-3 890 007 (HEINEN H.J. ET AL.) 17 June 1975

D4: US-A-4 729 788 (HUTCHINS STEPHEN R. ET AL.) 8 March 1988, cited in the description of the present application (see attached copy).

2. D1 (column 3, line 45, to column 4, line 20; Claim 1; Figure 1) describes a method for treating copper sulphide concentrates comprising a bioleaching step, carried out in reactors arranged in series, for dissolving the copper. Where thermophilic bacteria of the *Sulfolobus* type are used, the reaction temperature is typically 70-80°C.

The subject matter of Claim 1 is novel, since the following features of Claim 1 are not disclosed by D1:

- (a) mineral sulphides are supplied continuously;
- (b) the medium containing the bacterial culture is subjected to continuous mechanical agitation, so as to oxygenate the medium and form a suspension of the solid particles;
- (c) oxygenation is promoted by injecting air enriched with pure oxygen into the medium;
- (d) the solids content of the culture medium is maintained at a level greater than 10% by weight.

However, the use of features (a) to (d) does not appear to involve an inventive step, for the following reasons.

In the same technical field as D1 (bioleaching of mineral sulphides), features (a), (b) and (c) and their advantages are known from D4 (column 3, lines 30-32 and 38-40; column 4, lines 48-52; column 5, line 56, to column 6, line 25; Figures 1 and 4).

Furthermore, the information provided in D1 (Figure 1; and column 4, lines 48-53; column 5, line 59, to column 6, line 7), which indicates that certain solid and liquid phases (18, 26) are recirculated to the bioleaching reactor (12), suggests that the method should be carried out in a continuous manner. To a person skilled in the art, the expression "agitated tanks" (D1, column 3, line 55) would mean that the

medium held in the reactor is subjected to agitation, and not simply that the reactor is set in motion.

Consequently, features (a) to (c) do not appear to contribute to an inventive step.

In the same technical field, feature (d) is known from D2 (page 364, Conclusions), which indicates that the culture medium of *Sulfolobus rivotincti* bacteria can be used with a pulp density of more than 10% for bioleaching concentrates or ores, and particularly copper pyrite.

The method defined in Claim 1 therefore involves no inventive step (PCT Article 33(3)).

### 3. Claims 2-9

These dependent claims concern measures which would result from the normal knowledge of a person skilled in the art familiar with the teaching of D1 and D2, particularly with regard to the advantages of precipitating and separating the iron from the copper solutions to be extracted using a solvent (see D3, column 2, line 11, to column 3, line 31).

### 4. Claims 10-12

Claim 10, which is dependent on method Claims 7-9, concerns an embodiment enabling the complexity and cost of the processing facility to be reduced. No such embodiment is either described or suggested by the prior art. The same applies to the devices defined in Claims 11 and 12, which enable the said embodiment to be implemented.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/FR00/02471

VII. Certain defects in the international application

The following defects in the form or contents of the international application have been noted:

See following pages

## VII. Certain defects in the international application

The following defects in the form or contents of the international application have been noted:

5. Contrary to the requirements of PCT Rule 5.1(a) (ii), neither D2 nor the relevant prior art disclosed in that document has been mentioned in the description.

# TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

## PCT

### RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL

(article 36 et règle 70 du PCT)

REC'D 06 DEC 2001  
WIPO

PCT

|  |  |  |
|--|--|--|
| Référence du dossier du déposant ou du mandataire<br>BRG-PCT-104   | <b>POUR SUITE A DONNER</b> voir la notification de transmission du rapport d'examen préliminaire international (formulaire PCT/IPEA/416) |  |
| Demande internationale n°<br>PCT/FR00/02471  | Date du dépôt international (jour/mois/année)<br>07/09/2000  | Date de priorité (jour/mois/année)<br>07/09/1999 |
| Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB<br>C22B3/18   |  |  |
| Déposant<br>B.R.G.M.-BUREAU DE RECHERCHES GEOLOGIQUES ...  |  |  |
| <p>1. Le présent rapport d'examen préliminaire international, établi par l'administration chargée de l'examen préliminaire international, est transmis au déposant conformément à l'article 36.</p> <p>2. Ce RAPPORT comprend 6 feuilles, y compris la présente feuille de couverture.</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Il est accompagné d'ANNEXES, c'est-à-dire de feuilles de la description, des revendications ou des dessins qui ont été modifiées et qui servent de base au présent rapport ou de feuilles contenant des rectifications faites auprès d' l'administration chargée de l'examen préliminaire international (voir la règle 70.16 et l'instruction 607 des Instructions administratives du PCT).</p> <p>Ces annexes comprennent 1 feuilles.</p>   |  |  |
| <p>3. Le présent rapport contient des indications relatives aux points suivants:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>I <input checked="" type="checkbox"/> Base du rapport</li> <li>II <input type="checkbox"/> Priorité</li> <li>III <input type="checkbox"/> Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle</li> <li>IV <input type="checkbox"/> Absence d'unité de l'invention</li> <li>V <input checked="" type="checkbox"/> Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration</li> <li>VI <input type="checkbox"/> Certains documents cités</li> <li>VII <input checked="" type="checkbox"/> Irrégularités dans la demande internationale</li> <li>VIII <input type="checkbox"/> Observations relatives à la demande internationale</li> </ul> |  |  |

|  |   |
|--|---|
| Date de présentation de la demande d'examen préliminaire internationale<br>03/04/2001  | Date d'achèvement du présent rapport<br>04.12.2001                        |
| Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international:<br>Office européen des brevets<br>D-80298 Munich<br>Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d<br>Fax: +49 89 2399 - 4465 | Fonctionnaire autorisé<br>Bureau, J-L<br>N° de téléphone +49 89 2399 8454 |



# RAPPORT D'EXAMEN PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL

Demande internationale n° PCT/FR00/02471

## I. Bas du rapport

1. En ce qui concerne les éléments de la demande internationale (les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées dans le présent rapport comme "initialement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport puisqu'elles ne contiennent pas de modifications (règles 70.16 et 70.17)):

**Description, pages:**

1-14 version initiale

## Revendications, N°:

4-12 version initiale

1-3 reçue(s) avec télécopie du 22/11/2001

## Dessins, feuilles:

1/1 version initiale

2. En ce qui concerne la langue, tous les éléments indiqués ci-dessus étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue dans laquelle la demande internationale a été déposée, sauf indication contraire donnée sous ce point.

Ces éléments étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue suivante: , qui est :

- la langue d'une traduction remise aux fins de la recherche internationale (selon la règle 23.1(b)).
- la langue de publication de la demande internationale (selon la règle 48.3(b)).
- la langue de la traduction remise aux fins de l'examen préliminaire internationale (selon la règle 55.2 ou 55.3).

3. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acide aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), l'examen préliminaire internationale a été effectué sur la base du listage des séquences :

- contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.
- déposé avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.
- remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- La déclaration, selon laquelle le listage des séquences par écrit et fourni ultérieurement ne va pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
- La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listages des séquences Présenté par écrit, a été fournie.

**RAPPORT D'EXAMEN  
PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL**

Demande internationale n° PCT/FR00/02471

4. Les modifications ont entraîné l'annulation :

- de la description,      pages :
- des revendications,      n°s :
- des dessins,      feuilles :

5.  Le présent rapport a été formulé abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué ci-après (règle 70.2(c)) :

*(Toute feuille de remplacement comportant des modifications de cette nature doit être indiquée au point 1 et annexée au présent rapport)*

6. Observations complémentaires, le cas échéant :

**V. Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration**

1. Déclaration

|  |  |
|--|--|
| Nouveauté                              | Oui : Revendications 1-12<br>Non : Revendications      |
| Activité inventive                     | Oui : Revendications 10-12<br>Non : Revendications 1-9 |
| Possibilité d'application industrielle | Oui : Revendications 1-12<br>Non : Revendications      |

2. Citations et explications  
voir feuille séparée

**VII. Irrégularités dans la demande internationale**

Les irrégularités suivantes, concernant la forme ou le contenu de la demande internationale, ont été constatées :  
voir feuille séparée

1. Il est fait référence aux documents suivants:

D1: US-A-5 919 674 (TUNLEY TREVOR H) 6 juillet 1999

D2: E. GOMEZ ET AL.: 'Leaching capacity of a new extremely thermophilic microorganism, *Sulfolobus rivotincti*' HYDROMETALLURGY, vol. 52, no. 3, juin 1999 (1999-06), pages 350-366, XP002137762 Amsterdam, NL

D3: US-A-3 890 007 (HEINEN H.J. ET AL.) 17 juin 1975

D4: US-A-4 729 788 (HUTCHINS STEPHEN R. ET AL.) 8 mars 1988, cité dans la description de la présente demande (voir copie annexée)

2. Le document D1 (colonne 3, ligne 45 à colonne 4, ligne 20; revendication 1; Fig.1) décrit un procédé de traitement de concentrés de sulfures de cuivre comprenant une étape de biolixivation effectuée dans des réacteurs disposés en série pour dissoudre le cuivre. Lorsque les bactéries thermophiles utilisées sont du type *Sulfolobus*, la température typique de la réaction est de 70-80 °C.

L'objet de la **revendication 1** est nouveau, car les caractéristiques suivantes de la revendication 1 ne sont pas divulguées par D1:

(a) on effectue une alimentation des minéraux sulfurés en continu,

(b) on soumet à une agitation mécanique continue le milieu contenant la culture bactérienne, de façon à assurer son oxygénation et une mise en suspension des éléments solides,

(c) on favorise l'oxygénation par une injection d'air enrichi en oxygène pur dans le milieu,

(d) on maintient, un taux de solide massique du milieu de culture supérieur à 10%

L'utilisation des caractéristiques (a) à (d) ne paraît cependant pas impliquer d'activité inventive, pour les raisons suivantes.

Dans le même domaine technique que le document D1 (biolixivation de minerais sulfurés), les caractéristiques (a), (b) et (c) et leurs avantages sont connus du document D4, colonne 3, lignes 30-32 et 38-40; colonne 4, lignes 48-52; colonne 5, ligne 56 à colonne 6, ligne 25, Fig. 1 et 4.

De plus, les indications données dans D1, Figure 1 et colonne 4, lignes 48-53; colonne 5, ligne 59 à colonne 6, ligne 7, selon lesquelles certaines phases solides et liquides (18, 26) sont recyclées vers le réacteur de biolixivation (12), incitent à la mise en oeuvre continue du procédé. L'expression "agitated tanks", colonne 3, ligne 55 de D1 signifie, pour l'homme du métier, que le milieu contenu dans le réacteur est soumis à agitation, et non pas seulement que le réacteur est mis en mouvement.

Les caractéristiques (a) à (c) ne paraissent donc pas contribuer à une activité inventive.

Dans le même domaine technique, la caractéristique (d) est connue du document D2, page 364, Conclusions, d'après lequel le milieu de culture de la bactérie *Sulfolobus rivocincti* peut être utilisée avec une densité de pulpe de plus de 10% pour la biolixivation de concentrés ou minerais, chalcopyrite notamment.

Le procédé selon la revendication 1 n'implique donc pas d'activité inventive (Article 33(3) PCT).

### **3. Revendications 2-9**

Ces revendications dépendantes concernent des mesures qui, une fois connu l'enseignement des documents D1 et D2, résultent des connaissances usuelles de l'homme du métier, notamment en ce qui concerne les avantages à précipiter et séparer le fer des solutions de cuivre destinées à l'extraction par solvant (voir D3, colonne 2, ligne 11 à colonne 3, ligne 31).

**4. Revendications 10-12**

La revendication 10 dépendant des revendications 7 à 9 de procédé concerne un mode de réalisation permettant de réduire la complexité et le coût de l'installation de traitement. Un tel mode de réalisation n'est ni décrit, ni suggéré par l'art antérieur. Il en est de même pour les dispositifs selon les revendications 11 et 12 permettant de mettre en oeuvre ce mode de réalisation.

5. Contrairement à ce qu'exige la règle 5.1 a) ii) PCT, la description n'indique pas l'état de la technique antérieure pertinent exposé dans le document D2 et ne cite pas ce document.

REVENDICATIONS

1.- Procédé de traitement de minéraux sulfurés de cuivre comprenant une étape de biolixiviation au cours de laquelle les minéraux sont soumis, dans des réacteurs (1) disposés en cascade, dans lesquels on maintient une température compris entre 75°C et 85°C, à l'action d'une culture bactérienne, qui comprend une bactérie thermophile de type dit *Sulfolobus*, conduisant à la mise en solution du cuivre, dans lequel on maintient, un taux de solide massique du milieu de culture supérieur à 10%, caractérisé en ce que, lors de cette étape de biolixiviation :

- on effectue une alimentation des minéraux sulfurés en continu,
- on soumet à une agitation mécanique rotative et continu le milieu contenant la culture bactérienne, de façon à assurer son oxygénation et une mise en suspension des éléments solides,
- on favorise l'oxygénation par une injection d'air enrichi en oxygène pur dans le milieu.

2.- Procédé suivant la revendication 1 caractérisé en ce qu'on fournit les minéraux sulfurés au milieu de culture sous la forme d'un concentré sulfuré possédant une granulométrie d80 inférieure à cent micromètres.

3.- Procédé suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que la culture bactérienne utilisée a été préalablement soumise à une adaptation, par repiquages successifs sur un substrat, notamment de chalcopyrite, en augmentant progressivement et artificiellement les concentrations du cuivre en solution, afin de l'amener à être apte à se développer dans des milieux dont les concentrations massiques en cuivre sont de l'ordre de 50g/l.

FEUILLE MODIFIÉE

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

AVIS INFORMANT LE DEPOSANT DE LA  
COMMUNICATION DE LA DEMANDE  
INTERNATIONALE AUX OFFICES DESIGNES

(règle 47.1.c), première phrase, du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

BRUDER, Michel  
Cabinet Bruder  
46, rue Decamps  
F-75116 Paris  
FRANCE

REÇU LE

26 MARS 2001

Cabinet BRUDER

Date d'expédition (jour/mois/année)

15 mars 2001 (15.03.01)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire

BRG-PCT-104

AVIS IMPORTANT

Demande internationale no

PCT/FR00/02471

Date du dépôt international (jour/mois/année)

07 septembre 2000 (07.09.00)

Date de priorité (jour/mois/année)

07 septembre 1999 (07.09.99)

Déposant

B.R.G.M. - BUREAU DE RECHERCHES GEOLOGIQUES ET MINIERES etc

1. Il est notifié par la présente qu'à la date indiquée ci-dessus comme date d'expédition de cet avis, le Bureau international a communiqué, comme le prévoit l'article 20, la demande internationale aux offices désignés suivants:  
AU,KP,KR,US

Conformément à la règle 47.1.c), troisième phrase, ces offices acceptent le présent avis comme preuve déterminante du fait que la communication de la demande internationale a bien eu lieu à la date d'expédition indiquée plus haut, et le déposant n'est pas tenu de remettre de copie de la demande internationale à l'office ou aux offices désignés.

2. Les offices désignés suivants ont renoncé à l'exigence selon laquelle cette communication doit être effectuée à cette date:  
AE,AG,AL,AM,AP,AT,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,BZ,CA,CH,CN,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EA,EE,EP,ES,  
FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,  
MN,MW,MX,MZ,NO,NZ,OA,PL,PT,RO,RU,SD,SE,SG,SI,SK,SL,TJ,TM,TR,TT,TZ,UA,UG,UZ,VN,YU,  
La communication sera effectuée seulement sur demande de ces offices. De plus, le déposant n'est pas tenu de remettre de copie de la demande internationale aux offices en question (règle 49.1)a-bis)).

3. Le présent avis est accompagné d'une copie de la demande internationale publiée par le Bureau international le 15 mars 2001 (15.03.01) sous le numéro WO 01/18265

RAPPEL CONCERNANT LE CHAPITRE II (article 31.2)a) et règle 54.2)

Si le déposant souhaite reporter l'ouverture de la phase nationale jusqu'à 30 mois (ou plus pour ce qui concerne certains offices) à compter de la date de priorité, la demande d'examen préliminaire international doit être présentée à l'administration compétente chargée de l'examen préliminaire international avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité.

Il appartient exclusivement au déposant de veiller au respect du délai de 19 mois.

Il est à noter que seul un déposant qui est ressortissant d'un Etat contractant du PCT lié par le chapitre II ou qui y a son domicile peut présenter une demande d'examen préliminaire international.

RAPPEL CONCERNANT L'OUVERTURE DE LA PHASE NATIONALE (article 22 ou 39.1))

Si le déposant souhaite que la demande internationale procède en phase nationale, il doit, dans le délai de 20 mois ou de 30 mois, ou plus pour ce qui concerne certains offices, accomplir les actes mentionnés dans ces dispositions auprès de chaque office désigné ou élu.

Pour d'autres informations importantes concernant les délais et les actes à accomplir pour l'ouverture de la phase nationale, voir l'annexe du formulaire PCT/IB/301 (Notification de la réception de l'exemplaire original) et le volume II du Guide du déposant du PCT.

Bureau international de l'OMPI  
34, chemin des Colombettes  
1211 Genève 20, Suisse

Fonctionnaire autorisé

J. Zahra

no de télecopieur (41-22) 740.14.35

no de téléphone (41-22) 338.83.38

# TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

(article 18 et règles 43 et 44 du PCT)

|   |   |  |
|---|---|--|
| Référence du dossier du déposant ou du mandataire<br><b>BRG-PCT-104</b> | <b>POUR SUITE A DONNER</b>  | voir la notification de transmission du rapport de recherche internationale (formulaire PCT/ISA/220) et, le cas échéant, le point 5 ci-après |
| Demande internationale n°<br><b>PCT/FR 00/ 02471</b>                    | Date du dépôt international ( <i>jour/mois/année</i> )<br><b>07/09/2000</b> | (Date de priorité (la plus ancienne) ( <i>jour/mois/année</i> ))<br><b>07/09/1999</b>  |
| Déposant<br><b>B.R.G.M.-BUREAU DE RECHERCHES GEOLOGIQUES ...</b>        |   |  |

Le présent rapport de recherche internationale, établi par l'administration chargée de la recherche internationale, est transmis au déposant conformément à l'article 18. Une copie en est transmise au Bureau international.

Ce rapport de recherche internationale comprend 3 feilles.



Il est aussi accompagné d'une copie de chaque document relatif à l'état de la technique qui y est cité.

### 1. Base du rapport

a. En ce qui concerne la **langue**, la recherche internationale a été effectuée sur la base de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée, sauf indication contraire donnée sous le même point.

la recherche internationale a été effectuée sur la base d'une traduction de la demande internationale remise à l'administration.

b. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), la recherche internationale a été effectuée sur la base du listage des séquences :

contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.

déposée avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.

remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.

remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.

La déclaration, selon laquelle le listage des séquences présenté par écrit et fourni ultérieurement ne vas pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.

La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous forme déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences présenté par écrit, a été fournie.

2.  Il a été estimé que certaines revendications ne pouvaient pas faire l'objet d'une recherche (voir le cadre I).

3.  Il y a absence d'unité de l'invention (voir le cadre II).

### 4. En ce qui concerne le **titre**,

le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant.

Le texte a été établi par l'administration et a la teneur suivante:

**PROCEDE ET DISPOSITIF DE TRAITEMENT EN CONTINU DE MINERAUX SULFURES DE CUIVRE  
PAR BIOLIXIVIATION**

### 5. En ce qui concerne l'**abrégé**,

le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant

le texte (reproduit dans le cadre III) a été établi par l'administration conformément à la règle 38.2b). Le déposant peut présenter des observations à l'administration dans un délai d'un mois à compter de la date d'expédition du présent rapport de recherche internationale.

### 6. La figure des **dessins** à publier avec l'abrégé est la Figure n°

suggérée par le déposant.

parce que le déposant n'a pas suggéré de figure.

parce que cette figure caractérise mieux l'invention.

1



Aucune des figures  
n'est à publier.

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT 00/02471

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 7 C22B3/18 C22B15/00 C22B3/44

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C22B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

WPI Data, EPO-Internal, PAJ, COMPENDEX

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

| Catégorie | Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents  | no. des revendications visées |
|-----------|---|-------------------------------|
| Y         | US 5 919 674 A (TUNLEY TREVOR H)<br>6 juillet 1999 (1999-07-06)<br>colonne 3, ligne 65 -colonne 4, ligne 60;<br>revendications 1-11; figure 1<br>---  | 1-9                           |
| A         | colonne 3, ligne 65 -colonne 4, ligne 60;<br>revendications 1-11; figure 1<br>---   | 10-12                         |
| Y         | E. GOMEZ ET AL.: "Leaching capacity of a new extremely thermophilic microorganism, <i>Sulfolobus rivotincti</i> "<br>HYDROMETALLURGY,<br>vol. 52, no. 3, juin 1999 (1999-06), pages<br>350-366, XP002137762<br>Amsterdam, NL<br>page 352; figures 3,6; tableau 3<br>page 364<br>--- | 1,3,4<br>-/-                  |

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

4 janvier 2001

10/01/2001

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Bombeke, M

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No  
PCT/00/02471

## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

| Catégorie | Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents  | no. des revendications visées |
|-----------|---|-------------------------------|
| Y         | US 3 890 007 A (HEINEN H.J. ET AL.)<br>17 juin 1975 (1975-06-17)<br>colonne 2, ligne 11 -colonne 3, ligne 31;<br>revendications 1,5,7<br>---- | 5-9                           |
| Y         | US 4 144 310 A (FRANCKIEWICZ T.C. ET AL.)<br>13 mars 1979 (1979-03-13)<br>colonne 6, ligne 48 - ligne 58;<br>revendication 8<br>----          | 1,2,7                         |
| Y         | US 5 626 648 A (DUYVESTYEN W. ET AL.)<br>6 mai 1997 (1997-05-06)<br>exemple 2<br>----   | 1,2                           |
| Y         | WO 96 41025 A (PACIFIC NICKEL CORP.)<br>19 décembre 1996 (1996-12-19)<br>revendications 12,16,17<br>-----                                     | 5,7                           |

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande Internationale No

PCT/FR 00/02471

| Document brevet cité<br>au rapport de recherche | Date de<br>publication | Membre(s) de la<br>famille de brevet(s) |  | Date de<br>publication |
|---|------------------------|---|--|------------------------|
| US 5919674                                      | A 06-07-1999           | AU 714364 B                             |  | 23-12-1999             |
|   |                        | AU 5964798 A                            |  | 01-10-1998             |
|   |                        | CA 2233417 A                            |  | 27-09-1998             |
|   |                        | CN 1210152 A                            |  | 10-03-1999             |
|   |                        | ZA 9802549 A                            |  | 30-09-1998             |
| US 3890007                                      | A 17-06-1975           | AUCUN                                   |  |                        |
| US 4144310                                      | A 13-03-1979           | AUCUN                                   |  |                        |
| US 5626648                                      | A 06-05-1997           | WO 9826100 A                            |  | 18-06-1998             |
|   |                        | AU 720713 B                             |  | 08-06-2000             |
|   |                        | AU 1288697 A                            |  | 03-07-1998             |
|   |                        | BR 9612802 A                            |  | 28-03-2000             |
|   |                        | EP 0948655 A                            |  | 13-10-1999             |
| WO 9641025                                      | A 19-12-1996           | AU 5888896 A                            |  | 30-12-1996             |

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
15 mars 2001 (15.03.2001)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 01/18265 A1

(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup>: C22B 3/18, 15/00, 3/44

(71) Déposants (pour tous les États désignés sauf US): B.R.G.M. - BUREAU DE RECHERCHES GÉOLOGIQUES ET MINIERES [FR/FR]; Tour Mirabeau, 39-43, quai André Citroën, F-75739 Paris Cedex 15 (FR). UNIVERSITE DE WARWICK [GB/GB]; Department of Biological Sciences, Gibbet Hill, Coventry CV4 7AL (GB). HENKEL [DE/DE]; Henkelstrasse 67. D-40191 Düsseldorf (DE).

(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR00/02471

(22) Date de dépôt international: 7 septembre 2000 (07.09.2000)

(25) Langue de dépôt: français

(26) Langue de publication: français

(30) Données relatives à la priorité: 99/11178 7 septembre 1999 (07.09.1999) FR

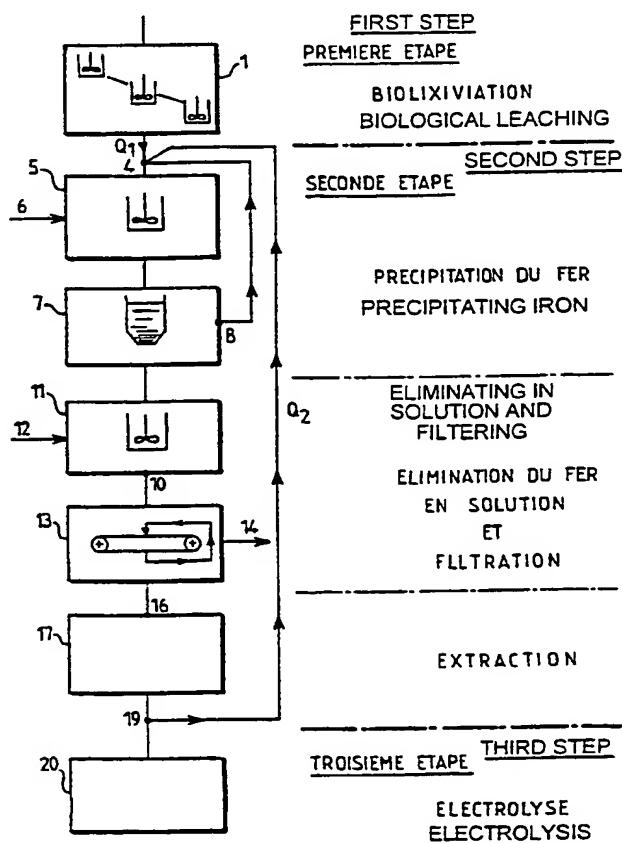
(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement): MORIN, Dominique [FR/FR]; Tour Mirabeau, 39-43, quai André Citroën, F-75739 Paris Cedex 15 (FR). NORRIS, Paul [GB/GB]; Department of Biological Sciences, Gibbet Hill, Coventry CV4 7AL (GB). KÖPPL, Dietger [DE/DE];

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR CONTINUOUS TREATMENT OF COPPER SULPHIDE CONTAINING ORE BY BIOLOGICAL LEACHING

(54) Titre: PROCÉDÉ ET DISPOSITIF DE TRAITEMENT EN CONTINU DE MINERAUX SULFURES DE CUIVRE PAR BIO-LIXIVIATION



(57) Abstract: The invention concerns a method and a device for treating copper sulphide containing ore, comprising a step of biological leaching whereby the minerals are subjected in reactors (1) in cascade arrangement, wherein the temperature is maintained between 75 °C and 85 °C to the action of a bacterial culture, which comprises a thermophilic bacterium of the Sulfolobus type, leading to solution heat treating of the copper. The method is characterised in that, during said biological leaching step, the treatment is uninterrupted, the medium containing the bacterial culture being continuously mechanically agitated to ensure oxygenation thereof, and suspension of the solid elements, and the solid mass proportion of the culture medium is maintained above 10 %.

(57) Abrégé: La présente invention concerne un procédé et un dispositif de traitement de minéraux sulfurés de cuivre. Le procédé comprend une étape de biolixiviation au cours de laquelle les minéraux sont soumis, dans des réacteurs (1) disposés en cascade, dans lesquels on maintient une température comprise entre 75 °C et 85 °C, à l'action d'une culture bactérienne, qui comprend une bactérie thermophile de type dit Sulfolobus, conduisant à la mise en solution du cuivre. Ce procédé est caractérisé en ce que, lors de cette étape de biolixiviation, on effectue le traitement en continu, on soumet à une agitation mécanique continue le milieu contenant la culture bactérienne, de façon à assurer son oxygénation et une mise en suspension des éléments solides, et on maintient, un taux de solide massique du milieu de culture supérieur à 10 %.

WO 01/18265 A1



Henkelstrasse 67, D-40191 Düsseldorf (DE). SCHWAB, Werner [DE/DE]; Henkelstrasse 67, D-40191 Düsseldorf (DE). BONNEY, Christopher [GB/GB]; 13 Chipping Hill, Witham, Essex CM8 2DE (GB).

(74) **Mandataires:** BRUDER, Michel etc.; Cabinet Bruder, 46, rue Decamps, F-75116 Paris (FR).

(81) **États désignés (national):** AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TI, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(84) **États désignés (régional):** brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée:

- *Avec rapport de recherche internationale.*
- *Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues.*

*En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.*

## PROCEDE ET DISPOSITIF DE TRAITEMENT EN CONTINU DE MINERAUX SULFURES DE CUIVRE PAR BIO-LIXIVIATION

La présente invention concerne un procédé et un dispositif de traitement en continu de minéraux sulfurés de cuivre en vue de la récupération de ce dernier.

De nombreux métaux, tels que le cuivre, l'argent, l'or ou le palladium, existent dans la nature en association avec d'autres minéraux. Pour les récupérer on a décrit abondamment, dans l'état antérieur de la technique, des procédés consistant, lors d'une première étape de biolixivation, à faire agir sur des minéraux, des bactéries de type divers qui assurent la destruction de la matrice sulfurée emprisonnant un métal déterminé, par dissolution de cette matrice, ce qui a pour effet de mettre en solution le métal concerné. Dans une seconde étape de traitement, on récupère le métal contenu dans cette solution en intervenant sur celle-ci, notamment par voie chimique et/ou électrochimique.

On a ainsi proposé dans le brevet US-4 571 387 un procédé de lixiviation de minéraux de cuivre sulfureux, par exemple de chalcopyrite ( $CuFeS_2$ ), dans lequel les minéraux de cuivre sont mis en contact avec des souches de la bactérie *Thiobacillus ferrooxydans* en mesure d'oxyder les sulfures, dans une solution aqueuse acide et des ions  $Cu^{2+}$  ainsi que du soufre et du sulfate ou de l'acide sulfurique se forment par oxydation du minéral. Les ions  $Cu^{2+}$  peuvent être ensuite traités par une extraction liquide/liquide. Un procédé similaire est décrit dans le brevet américain 4.729.788 qui décrit l'utilisation de bactéries

thermophiles de type *Sulfolobus* pour assurer la lixiviation de minérais sulfureux d'or et d'argent.

On a également proposé dans le brevet US-5 919 674 un procédé de mise en œuvre d'une part de la première étape de biolixivation en continu de minérais de cuivre au moyen d'une bactéries, notamment de type *Sulfolobus*. Cependant il apparaît qu'un tel procédé se prête difficilement à une mise en œuvre sur le plan industriel.

La présente invention a pour but de proposer un procédé visant à la récupération du cuivre contenu dans des minéraux sulfurés, comprenant une étape de biolixivation en continu, et ce par utilisation d'une nouvelle culture bactérienne thermophile, de type *Sulfolobus*.

La présente invention a ainsi pour objet un procédé de traitement de minéraux sulfurés de cuivre comprenant une étape de biolixivation au cours de laquelle les minéraux sont soumis, dans des réacteurs disposés en cascade, dans lesquels on maintient une température comprise entre 75°C et 85°C, à l'action d'une culture bactérienne, qui comprend une bactéries thermophile de type dit *Sulfolobus*, conduisant à la mise en solution du cuivre, caractérisé en ce que, lors de cette étape de biolixivation :

- on effectue le traitement en continu,

- on soumet à une agitation mécanique continue le milieu contenant la culture bactérienne, de façon à assurer son oxygénation et une mise en suspension des éléments solides,

- on maintient, un taux de solide massique du milieu de culture supérieur à 10%.

La culture bactérienne utilisée est une nouvelle

culture qui est en fait un mélange de bactéries en mesure de catalyser l'oxydation des sulfures et qui présente une température optimale de croissance comprise entre 75°C et 85°C. Cette culture bactérienne a été progressivement adaptée afin d'améliorer sa tolérance au cuivre. Une telle adaptation a été réalisée par des repiquages successifs sur un substrat de chalcopyrite, au cours desquels on a augmenté progressivement et artificiellement les concentrations du cuivre en solution. Une telle adaptation a permis de rendre ces bactéries capables de se développer dans des milieux dont la concentration en cuivre est de l'ordre de 50g/l.

Préféablement on fournit les minéraux sulfurés au milieu de culture sous la forme d'un concentré sulfuré possédant une granulométrie d80 inférieure à cent micromètres.

Suivant l'invention on entretient dans les réacteurs de biolixiviation un pH compris entre 1,2 et 1,6, notamment par ajout de carbonate de calcium.

L'étape de biolixiviation sera suivie d'une seconde étape au cours de laquelle, dans une première phase on admet la pulpe issue des réacteurs de biolixiviation dans des réacteurs de précipitation dans lesquels on élimine le fer en provoquant une précipitation de jarosite, par ajout de calcite, et un maintien de la solution à un pH inférieur à 3, et on admet la pulpe neutralisée dans un décanteur et on fait recirculer une partie des solides en tête des réacteurs de précipitation.

Dans une seconde phase de ce mode de mise en oeuvre on admet le liquide issu du décanteur dans des réacteurs de

neutralisation dans lesquels on maintient un pH de l'ordre de 3,5, notamment par un ajout de calcite, de façon à n'entraîner qu'un minimum de cuivre, et on procède à la filtration de la pulpe obtenue.

5 Dans une troisième phase de ce mode de mise en œuvre on admet la phase aqueuse du liquide provenant de la filtration dans une unité d'extraction par solvant organique dans laquelle on la soumet à l'action d'un produit extractant, de façon à transférer le cuivre de la 10 phase aqueuse dans la phase organique, on modifie les conditions opératoires de façon à transférer le cuivre de la phase organique du produit extractant dans une phase aqueuse pure.

Dans une variante de mise en œuvre de l'invention on 15 mettra la sortie de l'unité d'extraction en communication avec l'entrée des réacteurs de précipitation, de façon à faire recirculer une partie du raffinat recueilli à cette sortie en lui faisant traverser de nouveau lesdits réacteurs avec un débit important par rapport au débit de 20 la pulpe provenant des réacteurs de biolixiviation, de façon à provoquer une dilution de la solution aqueuse soumise à extraction, jusqu'à une concentration en cuivre de l'ordre d'environ 10g/l, c'est-à-dire jusqu'à une valeur correspondant à l'extraction possible du cuivre dans une 25 unité d'extraction.

La présente invention a également pour objet un dispositif de traitement en continu de minéraux sulfurés de cuivre du type comportant des moyens de biolixiviation dans lesquels les minéraux sont soumis à l'action d'une culture 30 bactérienne conduisant à la mise en solution du cuivre, à

une concentration importante, de l'ordre de 40g/l, suivis des moyens de précipitation du fer contenu dans cette solution, par ajout de carbonate de calcium, suivis de moyens d'extraction par solvant organique caractérisé en ce 5 que la sortie des moyens d'extraction par solvant est en communication avec l'entrée des moyens de précipitation, de façon à faire recirculer une partie du raffinat recueilli à cette sortie en lui faisant traverser de nouveau les moyens de précipitation avec un débit important par rapport au 10 débit de la solution en sortie des moyens de biolixiviation, de façon à provoquer une dilution de la solution aqueuse soumise à extraction, jusqu'à une concentration en cuivre inférieure à celle existant en sortie des moyens de biolixiviation et préférablement de 15 l'ordre de 10g/l.

Suivant l'invention les réacteurs utilisés lors de l'étape de biolixiviation comportent des moyens permettant de canaliser le fluide gazeux qui les traverse vers des moyens de condensation.

20 On décrira ci-après, à titre d'exemple non limitatif, une forme d'exécution de la présente invention, en référence au dessin annexé sur lequel :

La figure unique représente de façon schématique les différentes étapes du procédé suivant l'invention.

25 Suivant l'invention les bactéries sont mises en culture dans des réacteurs 1 agités et aérés et qui sont alimentés de façon continue en minéraux sulfurés mis à l'état de pulpe. Cette pulpe est transférée d'un réacteur à l'autre par débordement. Le milieu de culture, qui est 30 constitué par les minéraux sulfurés et la culture

bactérienne, est alimenté en éléments nutritifs, qui sont indispensables à la croissance des micro-organismes de la culture, dont les concentrations ont été optimisées afin de permettre une bonne croissance de celle-ci.

5 Bien entendu les réacteurs peuvent être disposés suivant une autre configuration qu'en cascade, et le transfert de la pulpe d'un réacteur à l'autre peut être effectué par d'autres moyens qu'un débordement, et notamment par des moyens de pompage qu'ils soient  
10 mécaniques ou à effet de gaz porteur (systèmes dits « Air lift »)

On sait par ailleurs, de par l'état antérieur de la technique, que la constitution biologique des membranes externes des bactéries thermophiles est telle que ces  
15 bactéries se révèlent relativement fragiles quant aux contraintes physiques d'attrition qu'elles sont susceptibles d'avoir à subir et qui sont liées à la présence de particules solides en solution lorsque les taux de solide (exprimés en pourcentage massique) sont  
20 supérieurs à 1%.

On sait également que ces bactéries sont sensibles aux contraintes de cisaillement qu'elles subissent notamment lorsqu'elles se trouvent en présence de moyens d'agitation mécaniques.

25 Suivant l'invention, la culture bactérienne a également été soumise à une adaptation destinée à augmenter le pourcentage de taux de solide utilisé. Pour ce faire on a augmenté, par paliers successifs, les taux de solide de la solution mise en présence de la culture bactérienne, et  
30 les bactéries ont été en mesure de supporter des taux de

solide massique de l'ordre de 10% à 15%.

On sait que la mise en oeuvre d'un tel processus nécessite une oxygénation du milieu de culture qui, dans le cas présent, sera assurée par une injection d'air en fond 5 de cuve. Dans le cas où, en cours de processus, la concentration en oxygène dissous viendrait à se trouver insuffisante, on pourrait enrichir en oxygène pur l'air injecté de façon à améliorer le transfert de l'oxygène vers la solution et favoriser ainsi l'oxydation du substrat 10 minéral sulfuré. Cet air injecté pourra également être enrichi en dioxyde de carbone qui constitue le substrat carboné de ce type de bactéries.

L'agitation à laquelle est soumise la culture bactérienne en cours de réaction est une agitation 15 mécanique qui est obtenue à l'aide d'un moteur électrique relié à un axe rotatif vertical pourvu d'éléments dits « mobiles d'agitation ». Un premier mobile d'agitation dénommé « turbine » est disposé en position basse de l'arbre et est constitué de façon connue d'un disque dont 20 la face inférieure comporte de multiples plaquettes radiales qui, lors de la rotation du disque, assurent une action de cisaillement provoquant la dispersion de l'air injecté dans la culture bactérienne. Le second élément mobile est disposé en partie haute du réacteur et est 25 constitué d'une hélice. Cet élément mobile présente de bonnes caractéristiques de pompage et favorise ainsi le mélange et l'homogénéisation du milieu de culture. L'homme du métier saura comment optimiser de tels moyens d'agitation, de façon à assurer un développement optimal de 30 la culture bactérienne.

On a constaté que, de façon surprenante, la culture bactérienne thermophile utilisée était ainsi en mesure de résister à des moyens d'agitation relativement énergiques et à fort effet de cisaillement.

5 Par ailleurs, en fonction de la nature du substrat minéral utilisé, on fera en sorte de maintenir le pH du milieu de culture à une valeur préférablement comprise entre 1,2 et 1,6, et ceci par une bonne maîtrise des diverses conditions opératoires. On notera cependant que la  
10 valeur du pH pourra être régulée, notamment en cas de chute de celui-ci, à des valeurs inférieures à 1,2, par addition contrôlée de carbonate de calcium, dont la dissolution apportera par ailleurs du dioxyde de carbone.

Afin de réduire les pertes en eau dues à l'évaporation  
15 dans les réacteurs, pouvant se traduire par une augmentation non contrôlée de la concentration des éléments en solution susceptible de perturber le développement de la culture, on utilisera des réacteurs fermés dans lesquels le flux d'air sortant traversera des moyens de condensation.  
20 Si ces pertes ne sont pas réduites ainsi suffisamment on pourra effectuer soit une adjonction d'eau ponctuelle soit réaliser une alimentation en solution nutritive sans ajout de concentré et ceci pendant une période de temps adaptée à la perte d'eau constatée.

25 Dans un mode de mise en oeuvre particulièrement intéressant de l'invention on pourra utiliser un système de condensation destiné à orienter le flux d'air pour mettre en place des moyens d'analyse en ligne des gaz sortant des réacteurs. Ces moyens pourront ainsi permettre d'obtenir,  
30 en temps réel, des renseignements sur l'état de la culture

bactérienne et d'assurer ainsi un suivi complet du dispositif de traitement.

La première étape du procédé de traitement suivant l'invention, à savoir l'étape de biolixiviation, étant terminée on obtient, en sortie des réacteurs, une pulpe qui contient, outre le cuivre en solution que l'on souhaite isoler, à une concentration d'environ 40g/l, des produits chimiques divers, qui se trouvent soit dissous dans la phase liquide, soit sous forme solide et notamment le résidu de minerai non dégradé, du gypse et des hydroxydes de fer ferrique.

Les étapes suivantes du procédé consisteront donc tout d'abord, au cours d'une étape intermédiaire, à séparer ces divers composants afin d'extraire, au cours d'une étape ultérieure d'électrolyse, le cuivre métal de la solution purifiée.

Au cours de cette étape intermédiaire on éliminera tout d'abord le fer. Pour cela on admet la pulpe, issue de la batterie 1 de réacteurs de biolixiviation, dans une batterie 5 de plusieurs réacteurs dans lesquels on introduit en 6 de la calcite. On sait en effet que le fer qui est majoritairement disponible sous sa forme oxydée  $Fe^{3+}$  est neutralisé par la calcite qui provoque une précipitation de composés de type jarosite (c'est-à-dire un précipité contenant du fer, du sulfate, et un contre cation pouvant être  $H_3O^+$ ,  $Na^+$ ,  $K^+$ , ou  $NH_4^+$ ) d'hydroxydes et de gypse.

Or on sait que la précipitation de jarosite, qui est particulièrement intéressante, puisque d'une part elle permet une moindre consommation de calcite et d'autre part

les précipités solides obtenus possèdent des facilités de filtration beaucoup plus intéressantes que les composés de type hydroxyde, est grandement favorisée par une température relativement élevée (ce qui est le cas de la 5 pulpe issue de la biolixiviation) et que ce type de précipité est stable aux pH faibles (inférieurs à 3). On contrôlera donc le pH dans les réacteurs afin de le maintenir à une valeur inférieure à 2,8 et ceci par le contrôle de l'addition de calcite.

10 L'installation comprendra, en aval de la batterie 5, dans les réacteurs de laquelle précipite la jarosite, un décanteur 7 qui possède une sortie 8 reliée à l'entrée 4 de la batterie 5 et qui permet de faire recirculer une partie 15 des solides « en tête de neutralisation » si bien que, par germination, on favorisera la croissance de cristaux. On améliore ainsi non seulement les vitesses de croissance des minéraux mais également la caractéristique de bonne capacité à la filtration des solides. Il s'agit là de paramètres particulièrement intéressants dans une 20 installation industrielle car ils interviennent directement sur le dimensionnement et donc sur le coût de celle-ci.

Le reste du fer en solution est ensuite éliminé, sous forme d'hydroxydes, au moyen d'une batterie 11 constituée de réacteurs de neutralisation, disposée en aval du 25 décanteur 7, dans laquelle on maintient un pH de 3,5 par addition en 12 de calcite, de façon à n'entrainer par coprécipitation qu'un minimum de cuivre. Un système de filtre à bande 13 recueille la pulpe en sortie 10 de la batterie 11 et permet d'assurer une séparation 30 solide/liquide.

Un tel système de filtration est constitué de façon connue, d'une bande sur laquelle la pulpe est admise et qui est tendue entre des tambours qui assurent son entraînement en rotation. Des moyens d'aspiration sont appliqués à 5 travers la bande et l'on obtient un gâteau d'épaisseur croissante au cours du déplacement de celles-ci, qui est extrait en 14 après qu'il ait subi une ou plusieurs opérations de lavage.

Cette solution est envoyée ensuite en 16 dans une 10 unité d'extraction par solvant organique 17. On sait qu'une telle unité est formée de plusieurs mélangeurs/décanteurs dans lesquels on introduit la solution à traiter, un mélange constitué de produits extractants spécifiques et un diluant. En raison de l'affinité différente du cuivre pour 15 la phase aqueuse et pour la phase organique qui dépend des conditions opératoires, il est possible (sous des conditions opératoires déterminées) de transférer le cuivre dans la phase organique puis, en changeant les conditions opératoires (mise en contact de la phase organique avec une 20 solution aqueuse riche en acide sulfurique), de ramener le cuivre dans une solution aqueuse pure de façon à pouvoir assurer ensuite la récupération du cuivre métal par électrolyse. Au cours de cette opération on a éliminé les impuretés pouvant polluer les cathodes lors de 25 l'électrolyse.

On utilisera préférentiellement, en tant que produit extractant, un réactif commercialisé par la Société HENKEL sous la marque « LIX ».

On notera cependant que l'extraction sélective du 30 cuivre avec les produits extractants étant une réaction

chimique d'échanges entre proton et cation, il en résulte que, pour chaque ion cuivreux extrait, deux protons sont libérés par le produit extractant. Cette production d'acide entraîne une décroissance du pH dans la phase aqueuse (raffinat). Or, en raison des taux de solide importants de la pulpe issue de l'étape de biolixiviation, la quantité de cuivre en solution est élevée et la masse d'acide ainsi générée lors de l'extraction induit une décroissance du pH jusqu'à des valeurs qui entravent l'extraction, voire qui la rendent impossible. Il est donc nécessaire de faire en sorte que le pH soit maintenu à une valeur compatible avec celle autorisant l'extraction.

Par ailleurs on a constaté que la première étape du procédé, à savoir l'étape de biolixiviation, délivre une pulpe possédant une concentration en cuivre importante, voisine de 40g/l, et l'on sait que l'opération d'extraction ne permet d'extraire que des concentrations en cuivre de l'ordre de 10g/l à ces valeurs de pH.

On pourrait bien entendu travailler à des taux de solide moins élevés lors de l'étape de biolixiviation, mais de tels moyens de traitement imposeraient alors, pour une quantité de cuivre produite identique, de disposer de réacteurs de biolixiviation de volume beaucoup plus important, ce qui aurait pour inconvénient d'augmenter la complexité, l'encombrement et le coût de l'installation.

On décrira ci-après en regard de la figure unique un mode de mise en oeuvre de l'invention qui représente une première solution permettant de pallier ces inconvénients.

Dans ce mode de mise en oeuvre, la sortie 19 de l'unité d'extraction 17 est mise en communication avec

l'entrée 4 de la batterie 5, de façon à faire recirculer une partie du raffinat recueilli à cette sortie 19 en lui faisant traverser de nouveau la batterie 5. Ainsi, au passage dans celle-ci, l'ajout de calcite, qui est effectué 5 en 6, a pour effet d'augmenter le pH de la solution, de façon à compenser la baisse de celui-ci due à l'émission des ions H<sup>+</sup> lors de l'extraction. Par ailleurs, en ajustant le débit de recirculation Q2, qui est important par rapport au débit Q1 de la pulpe admise dans la batterie 5 en 10 provenance de la batterie de biolixiviation 1, on provoque une dilution de la solution aqueuse soumise à extraction, jusqu'à une concentration de l'ordre d'environ 10g/l, c'est-à-dire jusqu'à une valeur correspondant à l'extraction possible dans une unité d'extraction 17.

15 Ce mode de mise en oeuvre est particulièrement intéressant dans la mesure où il permet d'assurer l'extraction du cuivre à partir d'une pulpe à haute concentration en cuivre en utilisant une seule unité d'extraction et sans mise en oeuvre supplémentaire de 20 dispositifs destinés à éléver le pH.

Dans un second mode de mise en oeuvre de l'invention, on n'effectuera pas de recirculation d'une partie du raffinat, et on disposera de moyens successifs permettant d'une part d'élèver le pH de la solution après extraction, 25 et d'autre part d'extraire cette solution de pH modifié, et ce jusqu'à avoir extrait les 40g/l de cuivre contenus dans la solution de départ.

Il restera ensuite à mettre en oeuvre la dernière étape du procédé suivant l'invention au cours de laquelle, 30 dans une cellule électrolytique 20, on effectuera

l'électrolyse du raffinat récupéré en fin d'extraction afin de récupérer le cuivre métal.

REVENDICATIONS

1.- Procédé de traitement de minéraux sulfurés de cuivre comprenant une étape de biolixiviation au cours de laquelle les minéraux sont soumis, dans des réacteurs (1) 5 disposés en cascade, dans lesquels on maintient une température comprise entre 75°C et 85°C, à l'action d'une culture bactérienne, qui comprend une bactérie thermophile de type dit *Sulfolobus*, conduisant à la mise en solution du cuivre, caractérisé en ce que, lors de cette étape de 10 biolixiviation :

- on effectue le traitement en continu,
- on soumet à une agitation mécanique continue le milieu contenant la culture bactérienne, de façon à assurer son oxygénation et une mise en suspension des éléments 15 solides,
- on maintient, un taux de solide massique du milieu de culture supérieur à 10%.

2.- Procédé suivant la revendication 1 caractérisé en ce qu'on fournit les minéraux sulfurés au milieu de culture 20 sous la forme d'un concentré sulfuré possédant une granulométrie d80 inférieure à cent micromètres.

3.- Procédé suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que la culture bactérienne utilisée a été préalablement soumise à une adaptation, par 25 repiquages successifs sur un substrat, notamment de chalcopyrite, en augmentant progressivement et artificiellement les concentrations du cuivre en solution, afin de l'amener à être apte à se développer dans des milieux dont les concentrations massiques en cuivre sont de 30 l'ordre de 50g/l.

4.- Procédé suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que l'on entretient dans les réacteurs de biolixiviation (1) un pH compris entre 1,2 et 1,6.

5 5.- Procédé suivant la revendication 4 caractérisé en ce que le maintien du pH à la valeur souhaitée est obtenu par ajout de carbonate de calcium.

10 6.- Procédé suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que tout au long de la phase de biolixiviation, on contrôle l'état physiologique de la culture bactérienne, à l'aide de moyens d'analyse en ligne des gaz sortant des réacteurs.

15 7.- Procédé suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que l'étape de biolixiviation est suivie d'une seconde étape au cours de laquelle, dans une première phase :

20 - on admet la pulpe issue des réacteurs de biolixiviation (1) dans des réacteurs de précipitation (5) dans lesquels on élimine le fer en provoquant une précipitation de jarosite par ajout de calcite et un maintien de la solution à un pH inférieur à 3,

- on admet la pulpe neutralisée dans un décanteur (7) et on fait recirculer une partie des solides en tête des réacteurs de précipitation (5).

25 8.- Procédé suivant la revendication 7 caractérisé en ce que, dans une seconde phase :

30 - on admet le liquide issu du décanteur (7) dans des réacteurs de neutralisation (11) dans lesquels on maintient un pH de l'ordre de 3,5, notamment par un ajout de calcite, de façon à n'entraîner qu'un minimum de cuivre,

- on procède à la filtration de la pulpe obtenue.

9.- Procédé suivant la revendication 8 caractérisé en ce que, dans une troisième phase :

5 - on admet la phase aqueuse du liquide provenant de la filtration dans une unité d'extraction par solvant organique (17) dans laquelle on la soumet à l'action d'un produit extractant, de façon à transférer le cuivre de la phase aqueuse dans la phase organique,

10 - on modifie les conditions opératoires de façon à transférer le cuivre de la phase organique du produit extractant dans une phase aqueuse pure.

15 10.- Procédé suivant l'une des revendications 7 à 9 caractérisé en ce que l'on met la sortie (19) de l'unité d'extraction (17) en communication avec l'entrée (4) des réacteurs de précipitation (5), de façon à faire recirculer une partie du raffinat recueilli à cette sortie (19) en lui faisant traverser de nouveau lesdits réacteurs (5) avec un débit (Q2) important par rapport au débit (Q1) de la pulpe provenant des réacteurs de biolixivation (1), de façon à 20 provoquer une dilution de la solution aqueuse soumise à extraction, jusqu'à une concentration en cuivre de l'ordre d'environ 10 g/l, c'est-à-dire jusqu'à une valeur correspondant à l'extraction possible du cuivre dans une unité d'extraction (17).

25 11.- Dispositif de traitement en continu de minéraux sulfurés de cuivre du type comportant des moyens de biolixivation (1) dans lesquels les minéraux sont soumis à l'action d'une culture bactérienne conduisant à la mise en solution du cuivre, à une concentration importante, de 30 l'ordre de 40g/l, suivis des moyens de précipitation (5) du

fer contenu dans cette solution, par ajout de carbonate de calcium, suivis de moyens d'extraction par solvant organique (17) caractérisé en ce que la sortie (19) des moyens d'extraction par solvant (17) est en communication 5 avec l'entrée (4) des moyens de précipitation (5), de façon à faire recirculer une partie du raffinat recueilli à cette sortie (19) en lui faisant traverser de nouveau les moyens de précipitation (5) avec un débit (Q2) important par rapport au débit (Q1) de la solution en sortie des moyens 10 de biolixiviation (1), de façon à provoquer une dilution de la solution aqueuse soumise à extraction, jusqu'à une concentration en cuivre inférieure à celle existant en sortie des moyens de biolixiviation (1) et préférablement de l'ordre de 10g/l.

15 12.- Dispositif suivant la revendication 11 caractérisé en ce que les réacteurs utilisés lors de l'étape de biolixiviation comportent des moyens permettant de canaliser le fluide gazeux qui les traverse vers des moyens de condensation.

1/1

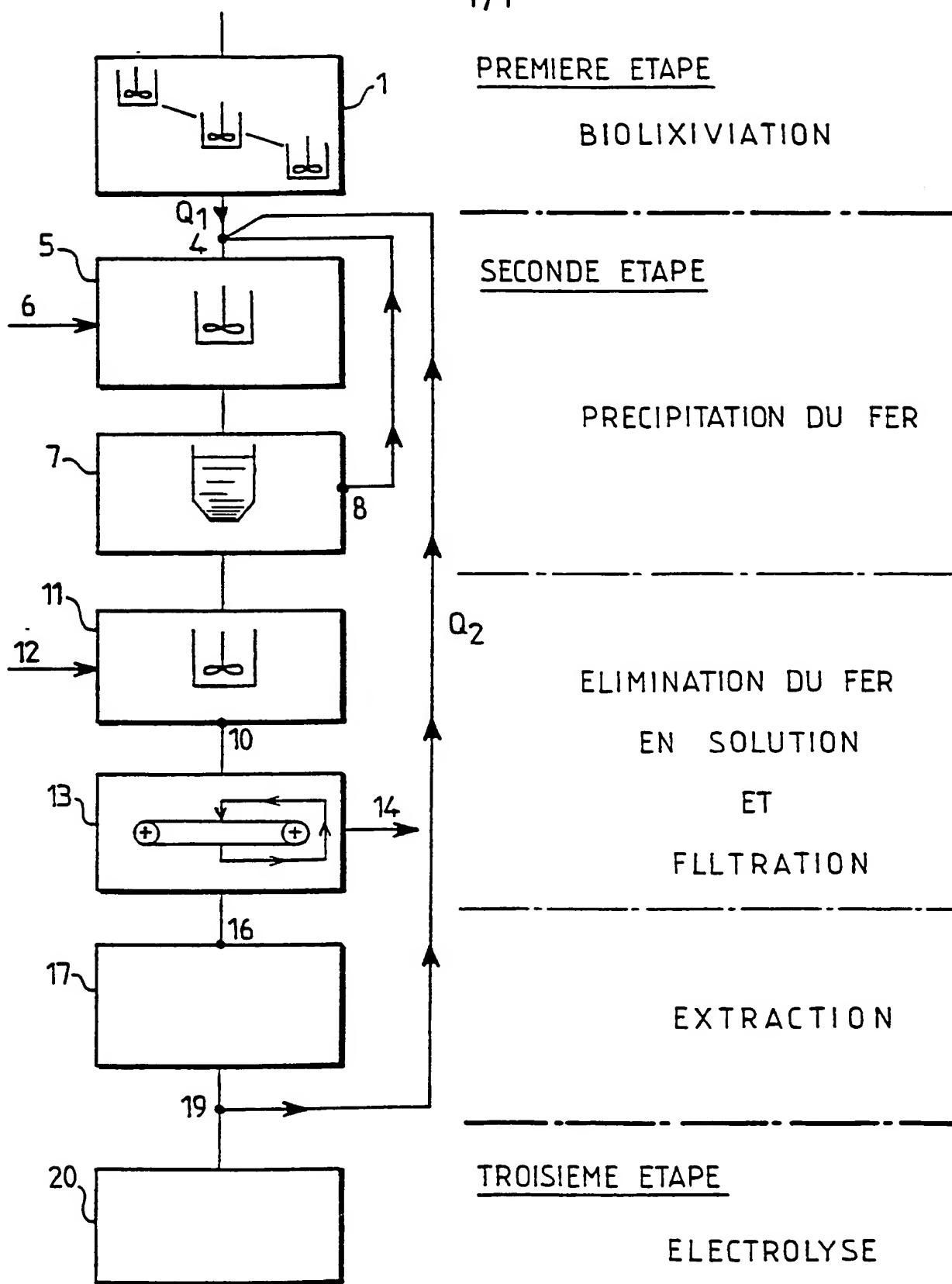


FIG.1